

差示脉冲溶出伏安法测定口服液中锌的含量

一、实验目的

1. 了解差示脉冲伏安法的基本原理及仪器的使用
2. 掌握标准曲线法测定含量的方法

二、实验原理

1. 脉冲极谱法是在一个缓慢变化的直流电压下,在滴汞电极的每一滴汞生长的后期。叠加一个小振幅的周期性的脉冲电压,并在脉冲电压的末期测量电解电流的极谱法。根据所加电压方式的不同,可分为常规脉冲极谱法和差示脉冲极谱法。差示脉冲极谱法的基本原理如下图所示:

对于电极反应 $O + ne = R$

- (1) 加压方式 (如图)
- (2) 电流-电压曲线 (如下图)

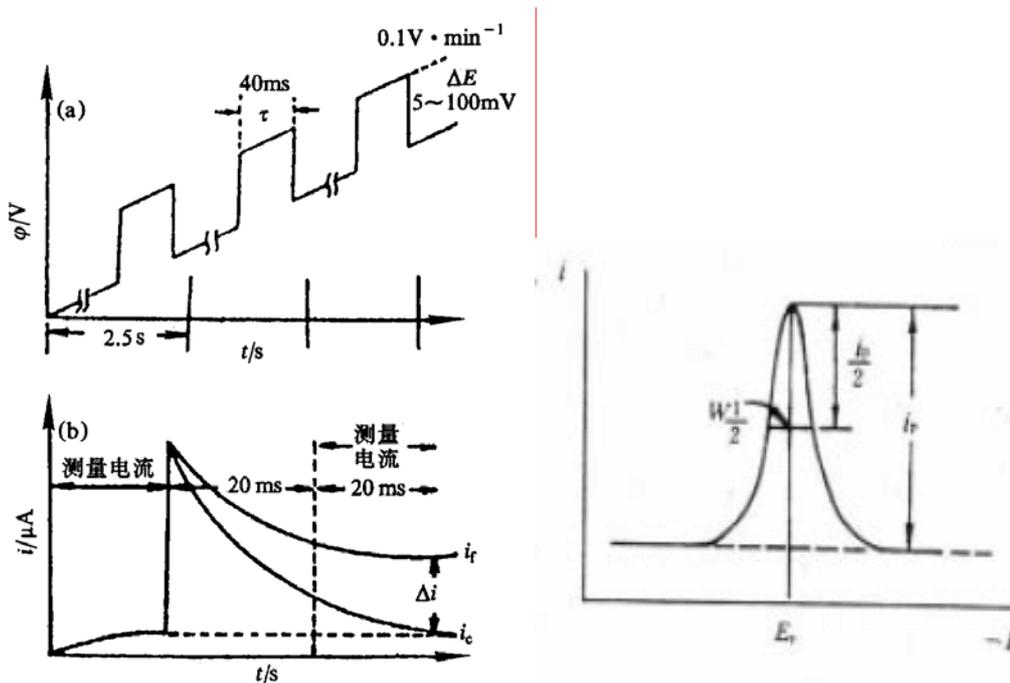


图 1 差示脉冲伏安法的加压方式及电流-电压区线。

$$\Delta I_p = \frac{n^2 F^2}{4RT} A \Delta E D^{\frac{1}{2}} (\pi \tau_m)^{-\frac{1}{2}} C$$

$$E_p = E_1 \pm \frac{\Delta E}{2}$$

T_m - 加脉冲到测量电流所需的时间, A - 电极面积, ΔE - 脉冲振幅, D - 扩散系数, C - 待测物质的浓度。

2. 阳极溶出伏安法

(1) 原理

(a) 被测物质在适当电压下恒电位电解, 还原沉积在阴极上;

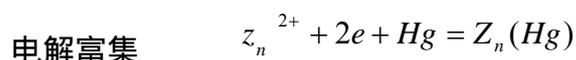
(b) 施加反向电压, 使还原沉积在阴极(此时变阳极)上的金属离子氧化溶解, 形成较大的峰电流;

(c) 峰电流与被测物质浓度成正比, 定量依据;

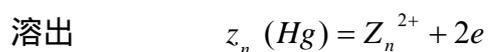
(d) 灵敏度一般可达 $10^{-8} \sim 10^{-9}$ mol/L;

(e) 电流信号呈峰型, 便于测量, 可同时测量多种金属离子

可以按下式表示



休止 电积物在汞膜内均匀分布, 一般 30~60s



富集的方法:

化学计量: 被测物完全电积在阴极上。精确性好, 时间长;

非化学计量(常用方法): 约 2%~3%电积在阴极上;

在本实验中采用部分电解富集的方法。

溶出的方式: 差示脉冲伏安法溶出(溶出的电流-电压曲线如下图)

溶出峰电流与被测物质浓度的关系

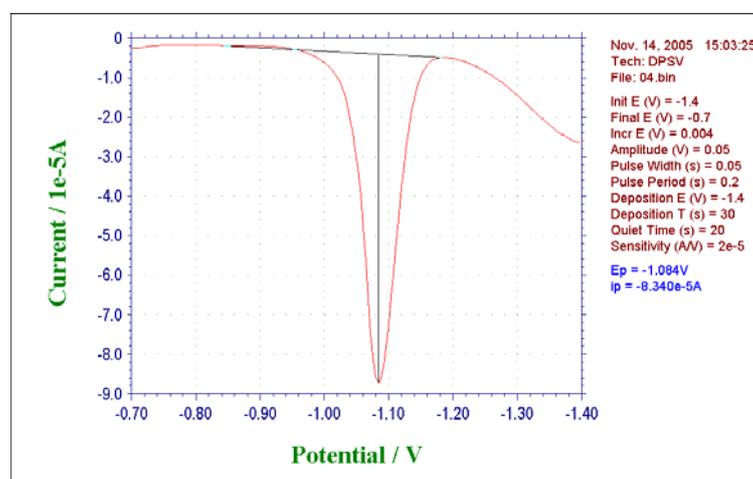


图 2 溶出伏安法的电流-电压曲线

$$i_p = -KC$$

溶出伏安法定量分析的基础。

三、实验仪器与试剂

CHI815 电化学分析仪，锌标准(1mg/mL)，口服液，0.1mol/L 氨缓冲溶液
0.01mol/LHgCl₂ 溶液

四、实验步骤

1. 选择 CHI815 软件，在技术方法上采用差示脉冲伏安法。首先在溶出模式中选择参数：沉积电位 E=-1.5 V 电解时间 t=30 s 休止电位 -1.5 V，休止时间 30s；溶出方式采用差示脉冲伏安法，记录电位从-1.4 V~-0.7 V 的电流电压曲线。

2. 移取 2.5 mL 氨性缓冲溶液和 0.5 mL0.01mol/LHg₂Cl₂+2.0 mL 蒸馏水作为底液，进行实验，记录空白溶液的电流。

3. 向步骤（2）的溶液中分别加入 10, 20, 40, 60, 80,100 μL 锌标准溶液，进行实验分别记录其峰电流。（图形如下所示）

4. 样品测试；移取 50 μL 的口服液进行测试。记录其峰电流。

5. 数据处理：利用标准曲线法进行或采用 origin 软件进行数据处理。

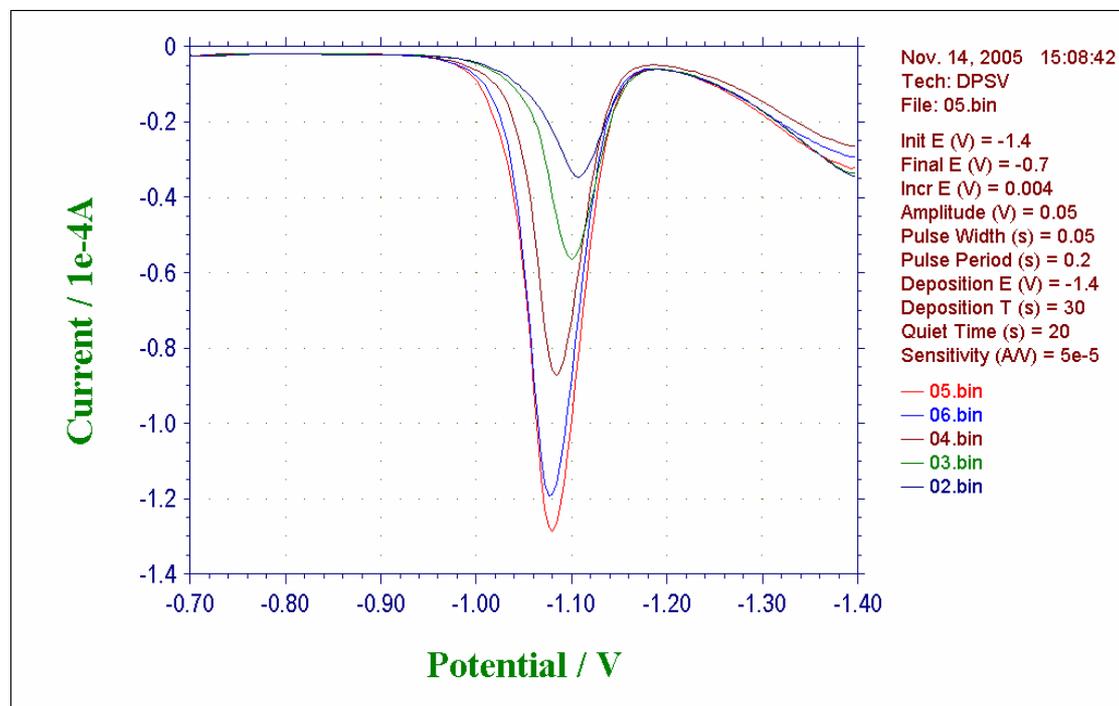


图 3 峰电流与不同锌浓度的电流电压叠加曲线